



PCT/FR2004/000927

REÇU 06 AOUT 2004

OMPI PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 19 MARS 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INPIINSTITUT
NATIONAL DES
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2

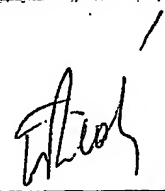

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 e II / 210502

REMISE DES PIÈCES DATE 17 AVRIL 2003		LIU 75 INPI PARIS		N° D'ENREGISTREMENT 0304820		DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 17 AVR. 2003	
Vos références pour ce dossier (facultatif) DB3632/FR/JS/MR				NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET JP COLAS 37, Avenue Franklin D. Roosevelt 75008 PARIS			
Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie					
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cocher l'une des 4 cases suivantes					
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>					
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>					
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>					
Demande de brevet initiale		N°		Date			
ou demande de certificat d'utilité initiale		N°		Date			
Transformation d'une demande de brevet européen		N°		Date			
Demande de brevet initiale		N°		Date			
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Grains céramiques fondus à base d'alumine et de magnésie							
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE				Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° <input type="text"/>			
				Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° <input type="text"/>			
				Pays ou organisation Date <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> N° <input type="text"/>			
				<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			
5 DEMANDEUR (Cocher l'une des 2 cases)				<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique			
Nom ou dénomination sociale				SAINT-GOBAIN CENTRE DE RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN			
Prénoms							
Forme juridique				Société par Actions Simplifiée			
N° SIREN				13 44 43 62 25			
Code APE-NAF							
Domicile ou siège		Rue		"Les Miroirs"			
		Code postal et ville		18, Avenue d'Alsace			
		Pays		19 24 00 COURBEVOIE			
Nationalité		FRANCE					
N° de téléphone (facultatif)		Française					
Adresse électronique (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)					
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»							

Remplir impérativement la 2^{ème} page

REMISE DES PIÈCES DATE LIEU 17 AVRIL 2003 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI 0304820		Réservé à l'INPI
75 MANDATAIRE (s'il y a lieu)		
Nom		
Prénom		
Cabinet ou Société		CABINET JP COLAS
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	37, Avenue Franklin D. Roosevelt
	Code postal et ville	75 008 PARIS
	Pays	
N° de téléphone (facultatif)		
N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)		
76 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques		
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 RAPPORT DE RECHERCHE Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)		
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG		
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS <input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences		
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Emmanuel POIDATZ CPI N° 92-1199		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI  

L'invention se rapporte à des grains céramiques à base d'alumine et obtenus par fusion.

Les grains céramiques alumineux sont, entre autres applications, utiles pour la fabrication d'outils abrasifs. On classe généralement les outils abrasifs selon le mode de mise en forme des grains céramiques qui les constituent : abrasifs libres (utilisation des grains en projection ou en suspension, sans support), abrasifs appliqués (grains appliqués sur un support de type toiles ou papiers, les grains étant classiquement disposés sur plusieurs couches) et abrasifs agglomérés (grains agglomérés sous forme de meules circulaires, de bâtons, etc.).

Dans le cas des outils abrasifs agglomérés, les grains abrasifs sont pressés avec un liant organique ou vitreux. Les liants vitreux sont généralement constitués d'oxydes, essentiellement silicatés. Les grains agglomérés doivent présenter eux-mêmes de bonnes propriétés mécaniques à l'abrasion, en particulier présenter une bonne ténacité. Ils doivent en outre pouvoir être fixés solidement au liant (solidité de l'interface).

On trouve aujourd'hui différentes familles de grains céramiques permettant de couvrir toutes ces applications avec des performances variées. On distingue en particulier deux grandes familles selon que les grains sont obtenus par voie sol-gel ou par fusion.

Le procédé par voie sol-gel, tel que décrit par exemple dans EP 1 228 018 (USP 6,287,353) permet de fabriquer des grains à structure cristalline très fine, classiquement submicronique, qui leur confère une excellente efficacité de coupe et une longue durée de vie. La productivité du procédé sol-gel est cependant faible et entraîne des coûts de fabrication élevés.

Les grains fondus obtenus par fusion des matières premières ou « grains fondus » ont classiquement des structures cristallines beaucoup plus grossières et offrent une efficacité de coupe et une durée de vie moindres. Des grains fondus contenant principalement de l'alumine sont par exemple décrits dans US 4,157,898. L'avantage principal de ces grains est leur faible coût de fabrication.

La composition des grains est importante, mais le procédé de fabrication est également déterminant sur les performances. Ainsi, pour une composition donnée, une microstructure obtenue par voie sol-gel et offrant des propriétés intéressantes ne peut pas facilement être obtenue par fusion.

Le tableau 1 suivant fournit, à titre de comparaison, les résultats à un test de résistance à la fracturation (test A), décrit plus en détail dans la suite de la description, pour deux grains abrasifs à forte teneur en alumine de l'art antérieur. Ces deux grains sont fabriqués et commercialisés par Saint-Gobain Industrial Ceramics.

- 5 Le grain de corindon blanc est obtenu par fusion et le Cerpass par voie sol-gel. Comme le montre le tableau 1, les compositions chimiques sont très proches (le complément est l'alumine). Mais, le corindon blanc donne un résultat de 119% au test A alors que le Cerpass donne 375%.

Tableau 1

	SiO ₂	TiO ₂	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	Test A
Corindon blanc	< 0,1%	< 0,05%	0,27%	< 0,02%	< 0,02%	0,02%	-	119
Cerpass	0,061%	0,096%	< 0,03%	0,009%	0,014%	-	0,003%	375

10

Les photos 1 et 2 en annexes représentent, en coupe, des grains de corindon blanc et de Cerpass, respectivement.

- 15 Il existe donc un besoin pour des grains alumineux fondus offrant des performances en termes de durée de vie et d'efficacité de coupe meilleures que celles des grains alumineux fondus actuels, mais pouvant être fabriqués à un coût significativement inférieur à celui des grains alumineux obtenus par voie sol-gel.

La présente invention vise à satisfaire ce besoin.

- 20 Selon l'invention, on atteint ce but au moyen de grains fondus ayant la composition chimique pondérale moyenne, en pourcentage en poids sur la base des oxydes, suivante :

Al₂O₃ : 93 % à 98,5 %

MgO : 1,5 à 6,5 %,

SiO₂ : < 0,1 %

Autres impuretés : < 0,4 %.

- 25 Comme nous le verrons plus loin, de tels grains, fabriqués par fusion, sont peu coûteux et présentent néanmoins une longue durée de vie et une excellente efficacité de coupe.

Sauf mention contraire, les pourcentages utilisés dans la présente demande se réfèrent toujours à des pourcentages en poids sur la base des oxydes.

Selon d'autres caractéristiques préférées de l'invention :

- 5 – la teneur minimale en magnésie (MgO), en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 2 %, de préférence de 2,45 % et la teneur maximale en MgO , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 4 %, de préférence de 2,5 % ;
- la teneur maximale en carbone est de 250 ppm, de préférence de 200 ppm ;
- 10 – la teneur maximale en Na_2O , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 0,1 %, de préférence de 0,05 % ;

L'invention concerne également un procédé de fabrication de grains céramiques comportant les étapes successives suivantes :

- 15 a) préparation d'un mélange de matières premières ayant la composition chimique pondérale moyenne, en pourcentage en poids sur la base des oxydes, suivante :
 - Al_2O_3 : 93 % à 97,5 %
 - MgO : 1,5 à 6,5 %,
 - SiO_2 : < 0,1 %
 - Autres impuretés : < 0,4 %
- 20 b) fusion en four à arc électrique, au moyen d'un arc court et avec une énergie de fusion avant coulée comprise entre 2000 et 2500 kWh par tonne dudit mélange de matières premières, dans des conditions réductrices déterminées de manière que le produit obtenu après l'étape c) suivante comporte une teneur en carbone maximale de 250 ppm ;
- 25 c) coulée et refroidissement par trempe, de préférence de manière que le liquide fondu soit entièrement solidifié en moins de 3 minutes ;
- d) broyage du produit refroidi.

Selon d'autres caractéristiques préférées du procédé selon l'invention,

- 30 – ledit mélange de matières premières comporte en outre entre 0,8 et 5,5%, de préférence 2,5 %, en masse de carbone et/ou entre 0,8 et 5,5%, de préférence 2,5 %, en masse de copeaux d'aluminium métallique ;
- le procédé comporte, après l'étape d), une étape de calcination sous atmosphère oxydante à une température supérieure à 1250°C, de préférence supérieure à 1350°C, de préférence encore supérieure à 1400°C, la température de calcination étant de préférence maintenue pendant une durée d'au moins 30 minutes ;

- le procédé comporte une dernière étape de tamisage des grains broyés et de sélection des grains tamisés, les grains sélectionnés ayant de préférence un grit inférieur ou égal à F50, selon la norme Standard FEPA 42-GB-1984.

5 L'invention concerne enfin l'utilisation des grains selon l'invention et/ou des grains obtenus au moyen du procédé selon l'invention dans des produits abrasifs, de préférence dans des produits agglomérés ou dans des produits appliqués.

Les exemples non limitatifs suivants sont donnés dans le but d'illustrer l'invention.

10 Les produits donnés en exemples ont été préparés à partir d'un mélange de départ contenant les matières premières suivantes :

- Alumine de type AR75 commercialisée par la société Pechiney et contenant en moyenne 99 % d' Al_2O_3 .
- Magnésie NedMag ® contenant environ 98 % de MgO .

15 La silice ainsi que l'oxyde de sodium sont connus pour être néfastes et leurs teneurs respectives doivent être limitées à des traces (<0,1%) introduites à titre d'impuretés dans les matières premières. En effet, la présence de silice conduit à la formation d'une phase vitreuse dont l'influence sur les propriétés abrasives ainsi que sur la dureté du grain est néfaste. La présence d'oxyde de sodium, même à de faibles teneurs, conduit quant à elle à la formation d'alumine bêta. Or cette forme
20 cristalline de l'alumine diminue les propriétés abrasives des grains.

La teneur des autres impuretés telles CaO , TiO_2 , Fe_2O_3 ou Cr_2O_3 ne doit pas dépasser 0,3%.

25 Le mélange de départ a été fondu selon un procédé classique de fusion en four à arc en milieu réducteur, avec ajout de 2,5 % en masse de carbone, par exemple de coke de pétrole, de brai ou de charbon, et de 2,5 % en masse de copeaux d'aluminium métallique. L'arc électrique était court et l'énergie avant coulée comprise entre 2000 et 2500 kWh par tonne de mélange de matières premières de départ. La tension nécessaire pour l'obtention d'un arc court dépend de nombreux paramètres, bien maîtrisés par l'homme du métier, tels que la taille du four, le
30 nombre et la taille des électrodes.

Le bain des matières premières fondues a ensuite été refroidi rapidement pour favoriser l'obtention de structures fines et orientées, au moyen de dispositifs de

coulée entre plaques minces métalliques tels que celui présenté dans le brevet US-A-3,993,119.

5 Le matériau fondu et refroidi, ou « crude », a ensuite été broyé, par exemple sur broyeurs à rouleaux, puis tamisé et classifié en séries de distributions granulométriques (« numéro » ou « grits ») selon la norme de la Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs, norme FEPA Standard 42-GB-1984.

10 Selon l'invention, pour améliorer la résistance à l'impact et la performance abrasive des grains obtenus, les grains ont ensuite subi une étape de traitement thermique. De préférence, le traitement thermique comprend une calcination sous atmosphère oxydante, de préférence sous air, à une température supérieure à 1250°C, de préférence supérieure à 1350°C, de préférence encore supérieure à 1400°C, pendant une durée d'au moins 2 minutes, de préférence d'au moins 5 minutes, de préférence encore d'au moins 30 minutes.

15 Pour les exemples, les grains ont été calcinés sous air à diverses températures pendant des durées variables. Ces paramètres opératoires figurent dans le tableau 2 ci-dessous.

L'analyse chimique des produits obtenus est donnée dans le tableau 2. Il s'agit d'une analyse chimique moyenne, donnée en pourcentage en poids.

20 L'analyse chimique, hors teneur en carbone, est obtenue par fluorescence des rayons X.

25 Le taux de carbone, qui reflète l'état d'oxydo-réduction, est mesuré par absorption infrarouge. Pour ce faire, on broie l'échantillon après séparation magnétique, dans un bol de broyage exempt de carbone (par exemple en alumine-zircone-silice fondue), jusqu'à l'obtention d'une poudre passant au tamis 160 µm. L'échantillon ainsi préparé est analysé avec un appareil LECO ®, modèle CS300.

30 Le grain de référence est un grain alumineux fondu, élaboré dans des conditions réductrices, et commercialisé sous l'appellation 32AlI par la société Saint-Gobain Industrial Ceramics. Son analyse chimique typique révèle 99,4 % d'Al₂O₃, 0,4 % de TiO₂, moins de 0,1 % de Na₂O et moins de 0,02 % de SiO₂.

Pour caractériser leurs propriétés mécaniques, les grains ont été soumis à un test de résistance à la fracturation (test A). Ce test vise à déterminer la fraction de

grains survivants d'une tranche granulométrique donnée après une sollicitation dans un bol de broyage en acier.

On utilise un broyeur tournant AUREC type T100 qui met en mouvement un bol cylindrique creux contenant les grains ainsi qu'un anneau et un palet. Le bol est en acier nuance Z200C12 et a un diamètre intérieur de 140 mm et une hauteur de 18 mm. Le palet est cylindrique et creux (diamètre 75 mm, hauteur 46 mm et épaisseur de paroi de 10 mm). L'anneau a un diamètre intérieur de 95 mm et extérieur de 120 mm. Le palet et l'anneau sont en acier de la même nuance que le bol.

Les grains sont tout d'abord tamisés et classés selon les fractions suivantes à tester:

- 710/850 μm pour représenter le grain de numéro F24,
- 500/600 μm pour représenter le grain de numéro F36,
- 300/355 μm pour représenter le grain de numéro F54,
- 250/300 μm pour représenter le grain de numéro F60
- 180/212 μm pour représenter le grain de numéro F80,
- 106/125 μm pour représenter le grain de numéro F120,

Les grains sont ensuite déferrés par séparation magnétique. Le bol est nettoyé à l'air comprimé avant que l'on y introduise un échantillon de 25 grammes de grains. Le broyeur est mis en route à sa vitesse nominale (1400 tours/min) pendant 5 secondes. L'échantillon est ensuite extrait à l'aide d'un pinceau (N°50). On analyse alors sa répartition granulométrique en l'introduisant sur une série de tamis à l'aide d'une tamiseuse ROTAP, pendant 5 minutes. Puis on mesure la masse de grains ne passant pas le tamis d'ouverture 425 μm . Cette masse, donnée en pourcentage par rapport à la masse restante dans les mêmes conditions pour l'échantillon de référence, correspond au résultat du test A.

On considère que la valeur obtenue lors du test A doit être supérieure à 190, (c'est-à-dire que la masse de grains ne passant pas le tamis d'ouverture 425 μm est au moins 1,9 fois supérieure à celle de la référence), de préférence doit être supérieure à 300, (c'est-à-dire que la masse de grains ne passant pas le tamis d'ouverture 425 μm est au moins 3 fois supérieure à celle de la référence), pour que l'effet soit suffisamment marqué pour que ces grains puisse être utilisés dans des produits abrasifs.

Pour évaluer l'efficacité de coupe des grains obtenus, nous avons mis en œuvre le test B suivant.

5 Dans ce test, la préparation des échantillons est identique à celle du test A. On utilise le même appareillage et le même mode opératoire. Après tamisage de l'échantillon testé, on réintroduit l'ensemble de l'échantillon pendant 145 secondes dans le broyeur. L'échantillon est ensuite extrait à l'aide d'un pinceau dur et on mesure le taux de fer par diffraction des rayons X. Cette valeur, donnée en pourcentage par rapport à la valeur obtenue dans le même test pour l'échantillon de référence, est le résultat du test B.

10 On considère que la valeur obtenue lors du test B doit être supérieure ou égale à 70 % pour que l'efficacité de coupe soit satisfaisante.

Tableau 2

Ex.	Traitement thermique (calcination)		Composition en % en poids					Etat redox	Taille Grains (Grit)	Test A	Test B
	Temp. (°C)	Durée (minutes)	% Al ₂ O ₃	% MgO	% SiO ₂	% Na ₂ O	Autres impur.	C (ppm)			
1	1400	35	> 98,68	0,87	< 0,1	< 0,05	< 0,3	155	F24	162	89
2	1400	35	> 98,2	1,35	< 0,1	< 0,05	< 0,3	113	F24	220	67
3	1300	60	> 98	1,55	< 0,1	< 0,05	< 0,3	74	F24	303	85
4	1300	60	> 97,94	1,61	< 0,1	< 0,05	< 0,3	83	F24	336	83
5	1400	120	> 97,78	1,75	< 0,1	0,07	< 0,3		F24	377	88
6	1300	120	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	175	F24	368	98
7	1400	5	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	165	F24	305	109
8	1400	30	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	165	F24	326	100
9	1400	45	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	170	F24	382	93
10	1400	120	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	168	F24	349	98
11	1400	600	> 97,08	2,47	< 0,1	< 0,05	< 0,3	165	F24	351	100
12	1400	120	> 96,85	2,68	< 0,1	0,07	< 0,3		F24	388	85
13	1400	35	> 96,26	3,39	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F24	303	
14	1400	35	> 96,26	3,39	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F54	158	
15	1400	40	> 96,26	3,39	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F80	106	
16	1400	45	> 96,03	3,6	< 0,1	0,07	< 0,2	315	F36	206	67
17	1400	50	> 95,89	3,76	< 0,1	< 0,05	< 0,2	220	F36	275	70
18	1400	45	> 95,89	3,76	< 0,1	< 0,05	< 0,2	180	F36	193	105
19	1300	120	> 95,67	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,3	90	F24	274	92
20	1400	5	> 95,67	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,3	80	F24	282	94
21	1400	30	> 95,67	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,3	70	F24	314	97
22	1400	120	> 95,67	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,3	72	F24	333	92
23	1400	45	> 95,77	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F24	324	82
24	1400	45	> 95,77	3,88	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F60	134	68
25	1400	60	> 95,69	3,95	< 0,1	0,06	< 0,2		F36	334	83
26	1400	60	> 95,69	3,95	< 0,1	0,06	< 0,2		F60	137	64
27	1400	60	> 95,69	3,95	< 0,1	0,06	< 0,2		F120	99	67
28	1400	20	> 95,69	3,95	< 0,1	0,06	< 0,2		F60	98	
29	1300	20	> 95,69	3,95	< 0,1	0,06	< 0,2		F60	97	
30	1400	35	> 95,11	4,54	< 0,1	< 0,05	< 0,2	75	F24	320	74
31	1400	35	> 94,41	5,24	< 0,1	< 0,05	< 0,2		F24	316	73
32	1400	45	> 93,53	6,12	< 0,1	< 0,05	< 0,2	93	F24	309	71
33	1400	45	> 93,06	6,59	< 0,1	< 0,05	< 0,2	87	F24	305	62
34	1400	120	> 92,54	7,01	< 0,1	< 0,05	< 0,3	106	F24	290	51

Les exemples du tableau 2 permettent de constater qu'une teneur en MgO supérieure à 1,5 % est nécessaire pour que la résistance à la fracturation des grains selon l'invention soit satisfaisante. Le tableau 2 indique également qu'une teneur en MgO supérieure à 6,5 % dégrade les qualités du grain obtenu, en particulier son efficacité de coupe, mais aussi la résistance à la fracturation est elle aussi dégradée.

De préférence, la teneur minimale en MgO est de 2 %, de préférence encore de 2,45 %.

De préférence, la teneur maximale en MgO est de 4 %, de préférence encore de 2,5 %.

5 Des analyses complémentaires (Microscope Electronique à Balayage) pour étudier les phases cristallines révèlent que les produits de l'invention sont constitués de cristaux de corindon 1 (alumine alpha) entourés d'une phase spinelle $MgO-Al_2O_3$ non stoechiométrique 2 (voir photo 3 annexée). La taille moyenne des cristaux de corindon est de 18 à 20 μm . Typiquement, 90 % des cristaux ont une taille supérieure à 9 μm et 90 % ont une taille inférieure à 27 μm . 100 % des cristaux ont une taille supérieure à 5 μm .
10

La comparaison des exemples 13 et 14, ou des exemples 23 et 24, ou des exemples 26, 27 et 28, illustre l'influence de la taille des grains. Les grains résistent d'autant mieux à la fracturation et présente une capacité de coupe d'autant meilleure qu'ils sont gros, c'est-à-dire plus leur « grit » est petit.
15

Pour les applications très exigeantes, par exemple pour une utilisation dans un outil de meulage à forte pression, on sélectionne de préférence les grains les plus gros, de préférence les grains grossiers ayant un grit inférieur ou égal au grit F60, de préférence inférieur au grit F50, de préférence encore inférieur au grit F36.

20 L'étape de fusion dans des conditions réductrices du procédé selon l'invention génère des produits ayant une teneur en carbone faible. De préférence, le procédé est conduit, selon des techniques classiques pour l'homme du métier, de manière que le teneur en carbone soit inférieure à 250 ppm, de préférence inférieure à 200 ppm, de préférence encore inférieure à 180 ppm.

25 Avantageusement, la faible teneur en carbone des grains selon l'invention les rend particulièrement adaptés pour une utilisation dans des abrasifs agglomérés.

Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits et représentés ci-dessus, fournis à titre illustratif et non limitatif.

REVENDICATIONS

1. Grains céramiques fondus ayant la composition chimique pondérale moyenne, en pourcentage en poids sur la base des oxydes, suivante :
5 Al_2O_3 : 93 % à 98,5 %
 MgO : 1,5 à 6,5 %,
 SiO_2 : < 0,1 %
 Autres impuretés : < 0,4 %
2. Grains selon la revendication 1, caractérisés en ce que la teneur minimale en MgO , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 2 %.
- 10 3. Grains selon la revendication 1, caractérisés en ce que la teneur minimale en MgO , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 2,45 %.
4. Grains selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisés en ce que la teneur maximale en MgO , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 4 %.
- 15 5. Grains selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisés en ce que la teneur maximale en MgO , en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 2,5 %.
6. Grains selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisés en ce que la teneur maximale en carbone est de 250 ppm.
- 20 7. Grains selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisés en ce que la teneur maximale en carbone est de 200 ppm.
8. Grains selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisés en ce que la teneur maximale en Na_2O en pourcentage en poids sur la base des oxydes, est de 0,1 %, de préférence de 0,05 %.
- 25 9. Grains selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisés en ce qu'ils sont constitués de cristaux de corindon entourés d'une phase spinelle $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ non stoechiométrique.

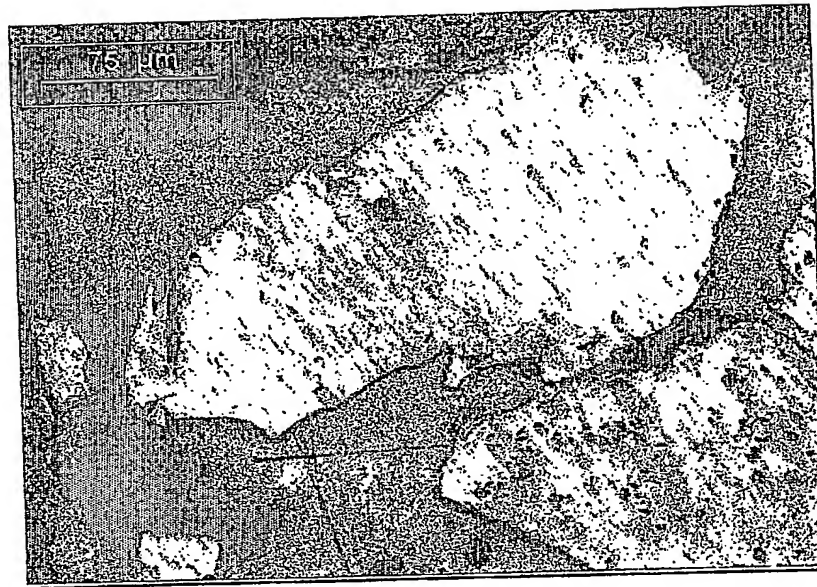
10. Grains selon la revendication 9, caractérisés en ce que la taille moyenne desdits cristaux de corindon est comprise entre 18 et 20 μm .
11. Grains selon l'une quelconque des revendications 9 et 10, caractérisés en ce que 90 % desdits cristaux de corindon ont une taille supérieure à 9 μm et/ou 90 % ont une taille inférieure à 27 μm .
12. Grains selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisés en ce que 100 % desdits cristaux de corindon ont une taille supérieure à 5 μm .
13. Procédé de fabrication de grains céramiques comportant les étapes successives suivantes :
- a) préparation d'un mélange de matières premières ayant la composition chimique pondérale moyenne, en pourcentage en poids sur la base des oxydes, suivante :
 - Al_2O_3 : 93 % à 97,5 %
 - MgO : 1,5 à 6,5 %,
 - SiO_2 : < 0,1 %
 - Autres impuretés : < 0,4 %
 - b) fusion en four à arc électrique, au moyen d'un arc court et avec une énergie avant coulée comprise entre 2000 et 2500 kWh par tonne dudit mélange de matières premières, dans des conditions réductrices déterminées de manière que le produit obtenu après l'étape c) suivante comporte une teneur en carbone maximale de 250 ppm ;
 - c) coulée et refroidissement par trempe ;
 - d) broyage du produit refroidi.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que ledit mélange de matières premières comporte en outre entre 0,8 et 5,5 % en masse de carbone et/ou entre 0,8 et 5,5 % en masse de copeaux d'aluminium métallique.
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 et 14, caractérisé en ce qu'il comporte, après l'étape d), une étape de calcination sous atmosphère oxydante à une température supérieure à 1250°C.

16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la température de calcination est supérieure à 1350°C.
17. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la température de calcination est supérieure à 1400°C.
- 5 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 17, caractérisé en ce que la température de calcination est maintenue pendant une durée d'au moins 5 minutes.
- 10 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 18, caractérisé en ce qu'il comporte une dernière étape de tamisage des grains broyés et de sélection des grains tamisés.
20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdits grains sélectionnés ont un grit inférieur ou égal à F50 selon la norme Standard FEPA 42-GB-1984.
- 15 21. Utilisation des grains selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 et/ou des grains obtenus au moyen du procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 20, dans des produits abrasifs.
22. Utilisation des grains selon la revendication 21, caractérisé en ce que lesdits produits abrasifs sont des produits agglomérés ou des produits appliqués

16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la température de calcination est supérieure à 1350°C.
17. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la température de calcination est supérieure à 1400°C.
- 5 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 17, caractérisé en ce que la température de calcination est maintenue pendant une durée d'au moins 5 minutes.
- 10 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 18, caractérisé en ce qu'il comporte une dernière étape de tamisage des grains broyés et de sélection des grains tamisés.
20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdits grains sélectionnés ont un gît inférieur ou égal à F50 selon la norme Standard FEPA 42-GB-1984.
- 15 21. Utilisation des grains selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 et/ou des grains obtenus au moyen du procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 20, dans des produits abrasifs.
22. Utilisation des grains selon la revendication 21, caractérisé en ce que lesdits produits abrasifs sont des produits agglomérés ou des produits appliqués

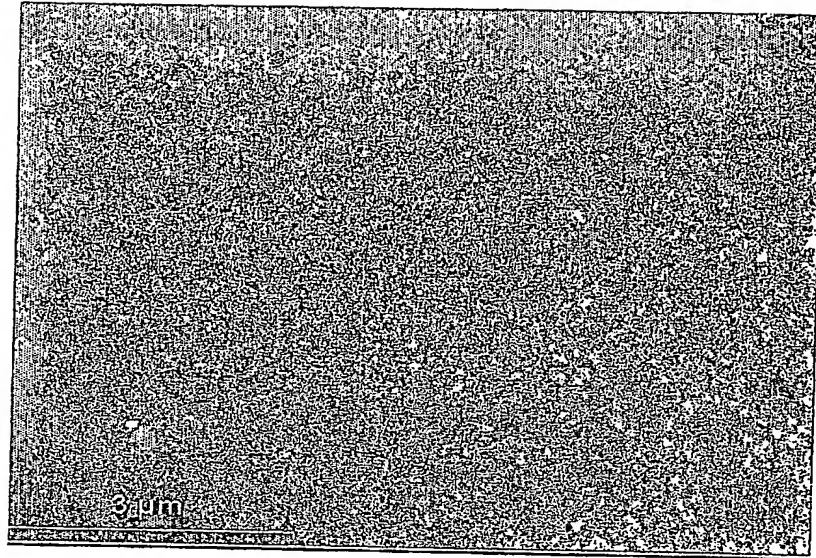
1/3

Photo 1 : Corindon blanc



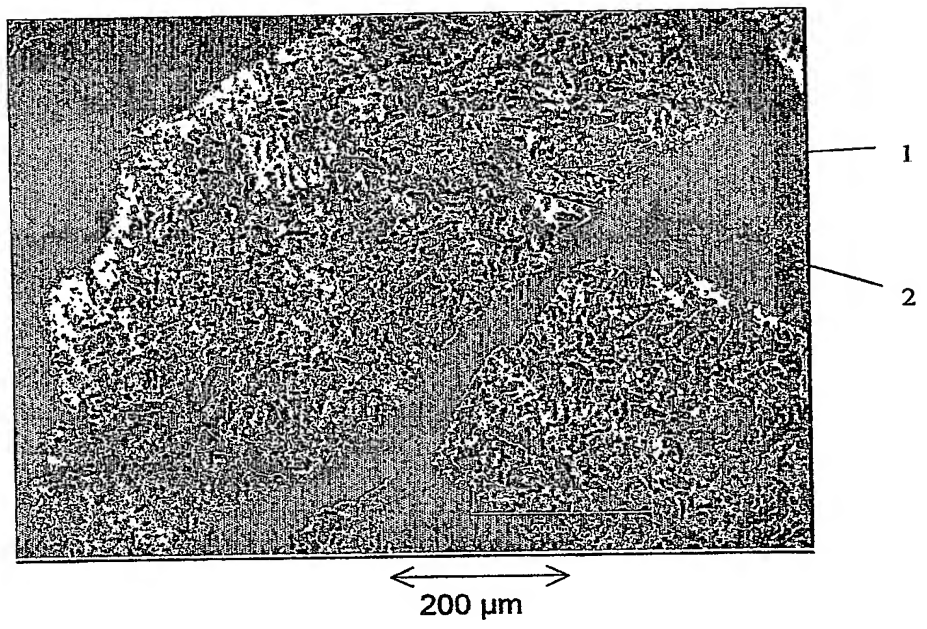
2/3

Photo 2 : Cerpasse



3/3

Photo 3





BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235*03

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../1..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 270601

Vos références pour ce dossier (facultatif)	DB3632/FR/JS/MR
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	0304820

TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Grains céramiques fondus à base d'alumine et de magnésie

LE(S) DEMANDEUR(S) :

SAINT-GOBAIN CENTRE DE RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN

"Les Miroirs"

18, Avenue d'Alsace

92400 COURBEVOIE

(France)

DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :

<input checked="" type="checkbox"/> 1	Nom	MARLIN
	Prénoms	Samuel
	Adresse	Rue
		123, Chemin des Romarins
		Code postal et ville
		13750 Plan d'Orgon
	Société d'appartenance (facultatif)	
<input checked="" type="checkbox"/> 2	Nom	
	Prénoms	
	Adresse	Rue
		Code postal et ville
	Société d'appartenance (facultatif)	
<input checked="" type="checkbox"/> 3	Nom	
	Prénoms	
	Adresse	Rue
		Code postal et ville
	Société d'appartenance (facultatif)	

S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.

DATE ET SIGNATURE(S)

DU (DES) DEMANDEUR(S)

OU DU MANDATAIRE

(Nom et qualité du signataire)

Le 17 Avril 2003

Emmanuel POIDATZ

CPI N° 92-1199

PCT/FR2004/000927

